

## Cara uji komposisi kimia aluminium dan paduan aluminium dengan spektrofotometer serapan atom

JDIUS-100 001 1137-480  
001 1105-0

006 LING KUP

CARA PENGAMBILAN CONTOH

3. CARA UJI

## DAFTAR ISI

	Halaman
1. RUANG LINGKUP .....	1
2. CARA PENGAMBILAN CONTOH .....	1
3. CARA UJI .....	1



# CARA UJI KOMPOSISI KIMIA ALUMINIUM DAN PADUAN ALUMINIUM DENGAN SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM

## 1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi cara pengambilan contoh dan cara uji komposisi kimia aluminium dan paduan aluminium dengan spektrofotometer serapan atom.

## 2. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Cara pengambilan contoh sesuai SII. 1465 — 85<sup>1)</sup>, *Pengambilan Contoh Uji Logam-logam Bukan Besi dan Paduannya untuk Uji Komposisi Kimia*.

## 3. CARA UJI

### 3.1. Prinsip

Contoh dilarutkan dengan HCl dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> lalu diencerkan sampai volume tertentu, kemudian ukur serapannya dengan spektrofotometer serapan atom. Metoda ini digunakan untuk penentuan kadar besi, tembaga, mangan, seng, magnesium, krom, nikel, bismut dan timbal dengan konsentrasi seperti tercantum pada Tabel I.

Tabel I  
Unsur-unsur dan Batas Konsentrasi

Unsur-unsur	Batas Konsentrasi %
Fe	0,005 — 1,5
Cu	0,005 — 1,5
Mn	0,005 — 1,5
Zn	0,005 — 1,5
Mg	0,005 — 1,5
Cr	0,01 — 0,5
Ni	0,005 — 1,5
Bi	0,1 — 1
Pb	0,1 — 1

### 3.2. Peralatan

Spektrofotometer serapan atom (A.A.S.).

### 3.3. Pereaksi

3.3.1. Asam klorida, HCl (1+1)

3.3.2. Larutan hidrogen peroksida, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.

3.3.3. Larutan stronsium ( 100 mg Sr/ml ).

Larutkan 30,8 g stronsium klorida (SrCl<sub>2</sub> . 6H<sub>2</sub>O) dalam air dan encerkan sampai 100 ml.



3.3.4. Larutan amonium klorida ( 27 % b/v ).

3.3.5. Larutan baku besi ( 1 mg Fe/ml dan 50  $\mu$ g Fe/ml ).

Timbang 1,000 g besi ( kemurnian min. 99,5 % ) kemudian masukkan ke dalam gelas kimia 300 ml, tambahkan 30 ml  $\text{HNO}_3$  (1+1), dan tutup dengan kaca arloji, kemudian uraikan dengan pemanasan. Dinginkan lalu pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air sampai tanda tera. Kemudian encerkan dengan air tepat 10 x dan 200 x berturut-turut sesuai dengan konsentrasi besi yang dibutuhkan.

3.3.6. Larutan baku tembaga ( 1 mg Cu/ml dan 50  $\mu$ g Cu/ml ).

Timbang 1,000 g Cu (kemurnian min. 99,96 %) masukkan ke dalam gelas kimia 300 ml dan tambah 30 ml  $\text{HNO}_3$  (1+1), tutup dengan kaca arloji kemudian uraikan dengan pemanasan. Dinginkan, lalu pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air sampai tanda tera. Kemudian encerkan dengan air tepat 10 x dan 200 x berturut-turut sesuai dengan konsentrasi tembaga yang di butuhkan.

3.3.7. Larutan baku mangan ( 1 mg Mn/ml dan 50  $\mu$ g Mn/ml ).

Timbang 1,000 g Mn (kemurnian min. 99,9 %) masukkan ke dalam gelas kimia 300 ml dan tambahkan 30 ml  $\text{HCl}$  (1+1), tutup dengan kaca arloji kemudian uraikan dengan pemanasan.

Dinginkan, lalu pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air sampai tanda tera. Kemudian encerkan dengan air tepat 10 x dan 200 x berturut-turut sesuai dengan konsentrasi mangan yang dibutuhkan.

3.3.8. Larutan baku seng ( 1 mg Zn dan 50  $\mu$ g Zn/ml ).

Timbang 1,000 g Zn (kemurnian min. 99,99 %) masukkan ke dalam gelas kimia 300 ml, tambahkan 30 ml  $\text{HCl}$  (1+1) dan tutup dengan kaca arloji kemudian uraikan dengan pemanasan.

Dinginkan, lalu pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air sampai tanda tera. Kemudian encerkan dengan air tepat 10 x dan 200 x berturut-turut sesuai dengan konsentrasi seng yang dibutuhkan.

3.3.9. Larutan baku magnesium ( 1 mg Mg/ml dan 50  $\mu$ g Mg/ml ).

Timbang 1,000 g Mg (kemurnian min. 99,9 %) masukkan ke dalam gelas kimia 300 ml, tambah 30 ml  $\text{HCl}$  (1+1), dan tutup dengan kaca arloji kemudian uraikan dengan pemanasan.

Dinginkan, lalu pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air sampai tanda tera. Kemudian encerkan dengan air tepat 10 x dan 200 x berturut-turut sesuai dengan konsentrasi magnesium yang dibutuhkan.

3.3.10. Larutan baku krom ( 1 mg Cr/ml dan 50  $\mu$ g Cr/ml ).

Timbang 1,000 g Cr (kemurnian min. 99,9 %) masukkan ke dalam gelas kimia 300 ml, tambahkan 30 ml  $\text{HCl}$  (1+1), dan tutup dengan kaca arloji kemudian uraikan dengan pemanasan. Dinginkan, lalu pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air sampai tanda tera. Kemudian encerkan dengan air tepat 10 x dan 200 x berturut-turut sesuai dengan konsentrasi krom yang dibutuhkan.

3.3.11. Larutan baku nikel ( 1 mg Ni/ml dan 50  $\mu$ g Ni/ml ).

Timbang 1,000 g (kemurnian min. 99,95 %) masukkan ke dalam gelas kimia 300 ml, tambah 30 ml  $\text{HNO}_3$  (1+1) dan tutup dengan kaca arloji kemudian uraikan dengan pemanasan. Dinginkan lalu pindahkan ke dalam labu



ukur 100 ml dan encerkan dengan air sampai tanda tera. Kemudian encerkan dengan air tepat 10 x dan 200 x berturut-turut sesuai dengan konsentrasi nikel yang dibutuhkan.

3.3.12. Larutan baku bismut (1 mg Bi/ml).

Timbang 1,000 g Bi (kemurnian min. 99,9 %) masukkan ke dalam gelas kimia 300 ml, tambah 30 ml  $\text{HNO}_3$  (1+1), dan tutup dengan kaca arloji kemudian uraikan dengan pemanasan. Dinginkan, lalu pindahkan ke dalam labu ukur ukuran 100 ml dan encerkan dengan air sampai tanda tera. Kemudian encerkan 10 x dengan  $\text{HNO}_3$  (1+5) untuk mendapatkan konsentrasi bismut yang dibutuhkan.

3.3.13. Larutan baku timbal (1 mg Pb/ml).

Timbang 1,000 g Pb (kemurnian min. 99,99 %) masukkan ke dalam gelas kimia 300 ml, tambah 30 ml  $\text{HNO}_3$  (1+1), dan tutup dengan kaca arloji kemudian uraikan dengan pemanasan. Dinginkan, pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air sampai tanda tera. Kemudian encerkan 10 x dengan air untuk mendapatkan konsentrasi timbal yang dibutuhkan.

3.3.14. Larutan timah

Timbang 0,1 g Sn (kemurnian min. 99,9 %) masukkan ke dalam gelas kimia 300 ml, tambah 30 ml  $\text{HCl}$  (1+1) dan tutup dengan kaca arloji kemudian panaskan jangan sampai mendidih dengan disentuh kawat platina. Pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan dengan  $\text{HCl}$  (1+5) sampai tanda tera.

3.4. Prosedur

3.4.1. Timbang 1,000 g contoh, masukkan ke dalam gelas kimia 300 ml, tutup dengan kaca arloji, tambah 30 ml  $\text{HCl}$  (1+1) dan panaskan (Catatan 1). Tambah 1 ml larutan  $\text{H}_2\text{O}_2$  (Catatan 2) uraikan dengan pemanasan dan dididihkan sebentar untuk menghilangkan kelebihan  $\text{H}_2\text{O}_2$  (Catatan 3 dan 4). Dinginkan, lalu pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml (Catatan 5) dan encerkan dengan air panas sampai tanda tera.

3.4.2. Pipet aliquot sesuai Tabel II masukkan ke dalam labu ukur 100 ml. Untuk penentuan magnesium tambah 2 ml larutan stronsium (Catatan 6) dan encerkan dengan air sampai tepat 100 ml.



**Tabel II**  
**Perbandingan Aliquot**

Unsur	Konsentrasi %	Perbandingan	Konsentrasi Larutan Baku mg/100 ml
Besi	0,005 — 0,1	1	0 — 1
	0,1 — 1,5	1/2	0 — 7
Tembaga	0,005 — 0,1	1	0, — 1
	0,1 — 1,5	1/2	0 — 7
Mangan	0,005 — 0,1	1	0, — 1
	0,1 — 1,5	1/2	0 — 7
Seng	0,005 — 0,1	1/2	0 — 0,5
	0,1 — 1,5	1/10	0 — 1,4
Magnesium	0,005 — 0,1	1/5	0 — 0,2
	0,1 — 1,5	1/20	0 — 0,7
Krom	0,01 — 0,5	1	0 — 5
Nikel	0,005 — 0,1	1	0 — 1
	0,1 — 1,5	1/2	0 — 7
Bismut	0,1 — 1	1	0 — 10
Timbal	0,1 — 1	1	0 — 10

3.4.2. Ukur serapan masing-masing unsur dalam aliquot sesuai dengan syarat pengukuran seperti tercantum pada Tabel III.

**Tabel III**  
**Syarat Pengukuran**

Unsur	Garis Analisa nm	Nyala Api yang Dipakai
Besi	248,3 372,0	Udara — asetilen
Tembaga	324,8	udara — asetilen
Mangan	279,5	udara — asetilen
Seng	213,9	udara — asetilen
Magnesium	285,2	udara — asetilen
Krom	357,9	udara — asetilen
Nikel	232,0 341,5	udara — asetilen
Bismut	223,1 306,8	udara — asetilen
Timbal	217,0 283,3	udara — asetilen



### 3.5. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Timbang 1,000 g Al yang diketahui kadar pengotornya atau Al refining (kemurnian min. 99,99 %), masukkan ke dalam gelas kimia 300 ml, dan panaskan seperti prosedur 3.4.1. Tambah secara bertahap larutan baku untuk masing-masing unsur yang ditentukan seperti tercantum pada Tabel IV. (Jumlah masing-masing larutan sesuai dengan batas konsentrasi), dan encerkan dengan air sampai tanda tera dan lanjutkan pengerjaan sesuai dengan prosedur 3.4.2. dan selanjutnya. Buat kurva kalibrasi antara serapan yang diperoleh terhadap konsentrasi dari masing-masing larutan baku (Catatan 7).

Tabel IV  
Jumlah Larutan Baku yang Ditambahkan  
(Volume larutan 100 ml.)

Serie	Berat Tiap Unsur yang Ditambahkan mg	Konsentrasi Larutan $\mu\text{g/ml}$	Kadar %	Berat Al yang Ditambahkan g
1	0	0	0	1,00
2	0,05	0,5	0,005	1,00
3	0,10	1,0	0,010	1,00
4	0,30	3,0	0,030	1,00
5	0,60	6,0	0,060	1,00
6	1,0	10,0	0,10	1,00
7	3,0	30,0	0,30	1,00
8	6,0	60,0	0,60	1,00
9	10,0	100,0	1,0	1,00
10	15,0	150,0	1,5	1,00

### 3.6. Perhitungan

Kadar masing-masing unsur diperoleh dari kurva kalibrasi yang dibuat menurut prosedur 3.5. Sedangkan kadar (dalam %) dari masing-masing yang terkandung dalam contoh dapat dihitung dari rumus :

$$\text{Kadar unsur} = \frac{A}{W \times B} \times 100 \%$$

Di mana :

- A = kadar terukur dari unsur didalam larutan contoh (g).
- W = berat contoh (g).
- B = perbandingan larutan contoh.

Catatan :

1. Bila contoh aluminium dan aluminium baku yang digunakan untuk membentuk kurva kalibrasi sulit dilarutkan, tambahkan 2 ml larutan timah.



Bila nikel atau tembaga dalam contoh tidak ditentukan, dapat ditambah 2 mg larutan baku garam nikel atau garam tembaga dari butir 3.3.

2. Bila kadar tembaga dalam contoh tinggi, tambah lebih banyak  $H_2O_2$ .
3. Bila larutan keruh atau ada endapan silikon, saring dengan kertas saring tipe sedang, cuci dengan air hangat dan bakar dalam cawan platina. Tambahkan HF, larutkan residu dengan sedikit HCl (1+1) dan gabungan dengan larutan utama.
4. Bila  $H_2O_2$  tersisa akan menyebabkan nilai-nilai pengamatan yang rendah, maka perlu dipanaskan sisa  $H_2O_2$  habis.
5. Bila penetapan kadar krom dengan nyala api udara setilen, tambahkan 1,5 ml larutan  $NH_4Cl$ . Dalam hal ini kurva kalibrasi juga dibuat dengan menambahkan larutan  $NH_3Cl$ .
6. Kalau magnesium akan ditetapkan kadarnya, tambah 2,0 ml larutan stronsium, seandainya kadar magnesium lebih dari 0,1 g larutan stronsium tidak perlu ditambah.
7. Dalam pembuatan kurva kalibrasi dapat dipakai metoda penambahan standar.  
Akan tetapi metoda ini dipakai hanya bila kurva kalibrasi benar-benar merupakan garis lurus yang melalui titik pangkal (0.0) untuk daerah konsentrasi rendah.

Catatan :

- 1) diubah menjadi : SNI.1137-1989-A  
SII.1465-85



**BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN**  
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4  
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270  
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : [bsn@bsn.go.id](mailto:bsn@bsn.go.id)